

Союз Советских
Социалистических
Республик



Государственный комитет
СССР
по делам изобретений
и открытий

О П И С А Н И Е ИЗОБРЕТЕНИЯ

К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ

(11) 768793

(61) Дополнительное к авт. свид-ву —

(22) Заявлено 14.02.78 (21) 2591084/23-26

с присоединением заявки —

(23) Приоритет —

(43) Опубликовано 07.10.80. Бюллетень № 37

(45) Дата опубликования описания 10.11.80

SCIENCE REFERENCE LIBRARY

(51) М.Кл.³ C 09 C 1/58
B 01 F 17/52

(53) УДК 661.666.4
(088.8)

(72) Авторы
изобретения

М. М. Медников, Ю. Н. Никитин, С. В. Орехов,
Н. Н. Расторгуева, Л. П. Шадрин, Л. В. Космодемьянский,
Е. П. Копылов, В. П. Бугров и Г. Н. Шварева

(71) Заявитель

Всесоюзный научно-исследовательский институт
технического углерода

(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ВОДНОЙ ДИСПЕРСИИ САЖИ

1

Изобретение относится к способам получения водной дисперсии сажи и может быть использовано в промышленности технического углерода и синтетического каучука, а также в строительной, лакокрасочной, резинотехнической и других отраслях промышленности.

Известен способ получения водной дисперсии сажи с применением в качестве диспергатора солей полимера альфа-оксипропионовой кислоты [1].

Однако дисперсия, приготовленная по такому способу, неудовлетворительно совмещается с латексом каучука, что отрицательно влияет на прочность изделий на основе саженасыщенных каучуков.

Известен также способ получения водных дисперсий неорганических веществ, по которому сажу диспергируют при перемешивании в водных растворах сополимеров акриловых кислот и их производных со степенью полимеризации 10—500 при содержании сополимеров 0.2—10% от веса сажи [2].

Однако дисперсии печной сажи, приготовленные по такому способу, расслаиваются при хранении.

Целью изобретения является повышение стабильности водной дисперсии сажи при хранении.

2

Поставленная цель достигается тем, что обрабатывают сажу при перемешивании в водном растворе сополимеров акриловых кислот с их производными со степенью полимеризации 570—5600 при содержании сополимеров 0.2—10% от веса сажи.

Отличие предложенного способа заключается в том, что используют сополимеры со степенью полимеризации 570—5600.

В качестве таких сополимеров могут применяться продукты совместной полимеризации метакриловой или акриловой кислоты с метакрилатом щелочного металла, метакриламидом, бутилметакрилатом, бутилакрилатом, монометакрилатом этиленгликоля и другими производными акриловых кислот, а также тройные сополимеры указанных мономеров. Из них наибольшее предпочтение следует отдать сополимеру метакриловой кислоты с метакрилатом натрия при весовом соотношении мономеров 1:1 с числом полимеризации 3500—4000, выпускаемому отечественной промышленностью под техническим названием «Продукт комета».

Сополимеры со степенью полимеризации 570—5600, т. е. более высокомолекулярные и по этой причине образующие водные растворы с повышенной вязкостью по сравнению с применявшимися ранее, за-

трудняют броуновское движение диспергированных сажевых частиц, замедляют процессы их коагуляции и отделения от дисперсионной среды, что и обеспечивает высокую стабильность дисперсий. При уменьшении степени полимеризации сополимеров ниже 570 сжижается стабильность дисперсий при хранении, а при степени полимеризации выше 5600 резко ухудшается способность сополимера растворяться в воде и соответственно сжижаются его диспергирующие и стабилизирующие свойства.

Наибольшая стабильность дисперсий по предлагаемому способу достигнута при применении сополимеров в количестве 0,2—10 вес. % от веса сажи. Для 5%-ных водных дисперсий сажи это соответствует применению 0,01—0,5% водных растворов сополимеров. При меньшей концентрации сополимеров не достигается высокая стабильность дисперсий, а применение более высоких концентраций сополимеров нежелательно из-за повышенного пенообразования при приготовлении и применении дисперсий.

Водные дисперсии сажи, полученные по предлагаемому способу, не расслаиваются в течение любого времени хранения, т. е. они обладают исключительно высокой стабильностью. При применении таких дисперсий для получения саженалосинных каучуков сокращается расход электролитов на совместную коагуляцию сажелатексной смеси, а каучуки характеризуются улучшенным комплексом свойств. Предлагаемый способ иллюстрируется следующими примерами.

Пример 1. В стакан емкостью 3 л загружают 2 л дистиллированной воды и 1 г сополимера метакриловой кислоты и метакрилата натрия (соотношение 1:1) с моле-

кулярным весом около 300 тыс. и с числом полимеризации 3092 (техническое название «Комета»). После перемешивания получают 0,05%-ный водный раствор сополимера. Таким же образом готовят раствор сополимера с концентрацией 0,01 вес. %, 0,1 вес. %, 0,25 вес. % и 0,5 вес. %. В шаровую мельницу помещают 100 г высокоактивной печной сажи ПМ-100 с удельной геометрической поверхностью 96 м²/г и показателем масляного числа 104 мл/100 г и 2 л одного из приготовленных выше растворов. Содержимое перемешивают и получают 5%-ную водную дисперсию сажи. Опыт повторяют с растворами других концентраций. Готовят также контрольную дисперсию сажи в 0,25%-ном водном растворе такого же сополимера со степенью полимеризации 180. Определяют вязкость приготовленных дисперсий по времени истечения через калиброванное отверстие воронки вискозиметра ВЗ-4. По 20 мл дисперсий отливают в пробирки, оставляют на хранение и наблюдают за их состоянием. В дисперсиях с недостаточной стабильностью сажа начинает коагулировать и оседать, в результате чего через некоторое время в верхней части дисперсии образуется прозрачный слой водной фазы. Замеряют толщину этого слоя. Результаты испытания дисперсий приведены в табл. 1 и 2.

Пример 2. Приготовление водной дисперсии сажи проводят, как в примере 1, но вместо водного раствора продукта «Комета» применяют 0,25%-ный водно-щелочной раствор сополимера метакриловой кислоты и метакриламида при соотношении мономеров 1:1 и степенью полимеризации 5600 (продукт «Метас»). Результаты испытания дисперсии приведены в табл. 1 и 2.

Таблица 1
Результаты определения вязкости водных дисперсий сажи ПМ-100

Сополимер	Содержание сополимера, вес. %		Время истечения дисперсий, сек
	в водном растворе	в дисперсии от веса сажи	
Комета	0,01	0,2	17
	0,05	1,0	19
	0,10	2,0	22
	0,25	5,0	25
	0,50	10,0	28
Метас	0,25	5,0	23
Лак 4 ^а	0,25	5,0	21
Лак 3 ^а	0,50	10,0	20
Сополимер с числом полимеризации 80 (контрольная дисперсия)	0,25	5,0	18

Результаты оценки стабильности водных дисперсий
сажи ПМ-100

Время хранения дисперсии, сут.	Высота прозрачного слоя водной фазы в дисперсии, мм:								
	комета с содержанием в дисперсии от веса сажи, %					метас	лак 4 ^а	лак 3 ^а	контроль: дисперсия
	0.2	1.0	2.0	3.0	10.0				
1	0	0	0						2
5	1	0	0						13
20	5	2	0						20
50	7	3	0						23
80	8	3	1						23
120	8	3	1						23
160	8	3	1	Не расслаивается	Не расслаивается	Не расслаивается	Не расслаивается	Не расслаивается	24

Пример 3. Приготовление водной дисперсии сажи проводят, как в примере 1, но вместо водного раствора продукта «Комета» применяют 0,25%-ный водный раствор сополимера метакриловой кислоты и бутилметакрилата с соотношением мономеров 2:3 и со степенью полимеризации 570 (лак 4^а). Результаты испытания дисперсии приведены в табл. 1 и 2.

Пример 4. Приготовление водной дисперсии сажи проводят, как в примере 1, но вместо водного раствора продукта «Комета» применяют 0,5%-ный водный раствор тройного сополимера метакриловой кислоты, бутилакрилата и монометакрилата этиленгликоля при соотношении мономеров 1:8:1 со степенью полимеризации 620 (лак 3^а). Результаты испытания дисперсии приведены в табл. 1 и 2.

Пример 5. Приготовление водной дисперсии сажи проводят, как в примере 1, но применяют высокоструктурную печную сажу ПМ-100В с удельной геометрической поверхностью 98 м²/г и показателем масляного числа 126 мл/100 г, которую диспергируют в 0,25%-ном водном растворе продукта «Комета».

Дисперсия не расслаивается в течение полугода хранения и характеризуется временем истечения из воронки вискозиметра 26 сек.

Пример 6. Приготовление водной дисперсии сажи проводят, как в примере 1, но применяют высокоструктурную печную сажу ПМ-120В с удельной геометрической по-

верхностью 118 м²/г и показателем масляного числа 132 мл/100 г, которую диспергируют в 0,25%-ном водном растворе продукта «Комета». Дисперсия не расслаивается в течение полугода хранения и характеризуется временем истечения из воронки вискозиметра 27 сек.

Из приведенных примеров видно, что водные дисперсии сажи, полученные по предлагаемому способу, имеют более высокую вязкость, оцениваемую временем истечения из воронки вискозиметра, и значительно превосходят по стабильности известную дисперсию.

Формула изобретения

Способ получения водной дисперсии сажи обработкой сажи при перемешивании в водном растворе сополимеров акриловых кислот с их производными при содержании сополимеров 0,2—10% от веса сажи, отличающийся тем, что, с целью повышения стабильности дисперсии при хранении, используют сополимеры со степенью полимеризации 570—5600.

Источники информации, принятые во внимание при экспертизе:

1. Патент Франции № 2300611, кл. В 01 F 17/52, опублик. 15.10.76.

2. Патент Великобритании № 1431847, кл. В 01 F 17/00, опублик. 14.04.76 (прототип).

Составитель Т. Ильинская

Редактор Л. Курасова

Техред О. Павлова

Корректор С. Файн

Заказ 1287/1297

Изд. № 481

Тираж 729

Подписное

НПО «Понск» Государственного комитета СССР по делам изобретений и открытий
113035, Москва, Ж-35, Раушская наб., д. 4/5

Тип. Харьк. фил. пред. «Патент»

LG ANSWER 2 OF 5 CA COPYRIGHT 1995 ACS
AN 94:124053 CA
TI Aqueous carbon black dispersion
IN Mednikov, M. M.; Nikitin, Yu. N.; Orekhov, S. V.; Rastorgueva, N. N.;
Shadrin, L. P.; Kosmodem'yanskii, L. V.; Kopylov, E. P.; Bugrov, V. P.;
Shvareva, G. H.
PA All-Union Scientific Research Institute of Technical-Grade Carbon, USSR
SU U.S.S.R.
From: Otkrytiya, Izobret., Prom. Obraztsy, Tovarnye Znaki 1980, (37), 88.
CODEN: URXXAF
P1 SU-768793, 801007 ✓
AI 7850-2591084 780214
DI Patent
LA Russian
AB Title dispersion with increased stability was prepd. by treating C black
with mixing in an aq. soln. of acrylic acid copolymers with their derivs.
contg. 0.2-10% copolymers with the degree of polymn. 570-5600 (based on
the wt. of C black).